

ANÁLISIS QUÍMICO PROXIMAL

Determinación de humedad y cenizas en muestras de alimentos

OBJETIVOS

- Aplicar el análisis químico proximal en diferentes muestras de alimentos.
- Determinar el contenido de humedad de un alimento por el método de secado en estufa.
- Determinar la cantidad de cenizas totales en muestras de alimentos siguiendo el método de incineración.

FUNDAMENTO TEÓRICO

Los análisis proximales se aplican a los alimentos terminados y a los materiales que se utilizan en la formulación de una dieta como fuente de energía o de proteína, como control y para verificar que cumplan con las especificaciones o requerimientos establecidos durante la formulación, es decir, para determinar su grado de adulteración.

Estos análisis químicos son importantes para establecer y mantener la calidad de los alimentos. Por medio de ellos se determina el contenido de humedad, cenizas, fibra cruda, proteína cruda (nitrógeno total), lípidos crudos y extracto libre de nitrógeno en muestras de alimentos. Los métodos o técnicas que se utilizan pueden variar de acuerdo al alimento que se analice.

Mediante estos análisis se puede determinar la calidad de un producto alimenticio, por lo que se requiere del conocimiento de las diferentes técnicas y métodos, además de una buena preparación de la muestra.

1. Contenido de humedad.

Cualquier tipo de alimento, ya sea natural o procesado industrialmente, contiene agua. En los alimentos naturales el contenido de agua varía entre 60 y 95%, y puede existir en forma de “agua libre” o adsorbida y en forma de “agua ligada” que se halla combinada o absorbida. La mayoría de métodos utilizados para determinar el contenido de humedad se basa en la cantidad de agua libre, que es la forma que predomina y que se libera con gran facilidad (Hart, 1971).

Existen diferentes métodos para determinar el contenido de humedad, que depende de varios factores tales como: la naturaleza de la muestra, la rapidez del método y la exactitud deseada. El

contenido de humedad indica la estabilidad de los alimentos y es importante para conocer la proporción de los nutrientes.

2. Métodos de secado.

El método más común para determinar el contenido de humedad en los alimentos es el de secado. El porcentaje de agua eliminada por calentamiento se calcula por la pérdida en peso bajo condiciones normalizadas.

$$\% \text{ de humedad} = \frac{(m_2 - m_1)_2 - (m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} \times 100$$

m_1 : masa del recipiente, limpio y seco.

m_2 : masa del recipiente + la muestra húmeda.

m_3 : masa del recipiente + la muestra seca.

Aunque este método arroja buenos resultados, es preciso tener en cuenta que:

- Algunas veces es difícil eliminar toda la humedad presente.
- El alimento es susceptible de descomponerse a cierta temperatura, y en ocasiones, otras sustancias se pueden volatilizar.
- Se pueden perder otras sustancias volátiles aparte del agua.

Los métodos por secado más comunes son: el método de secado en estufa, el método de secado en estufa de vacío y el método de secado en termobalanza.

- El método por secado en estufa se basa en la pérdida de peso de la muestra por evaporación del agua. Se requiere que la muestra sea térmicamente estable y que no contenga una cantidad significativa de compuestos volátiles.
- El método por secado en estufa de vacío se basa en el principio fisicoquímico que relaciona la presión de vapor con la presión del sistema a una temperatura dada. Al disminuir la presión del sistema, disminuye la presión de vapor, por consiguiente, se reduce su punto de ebullición. La velocidad de secado se incrementa al retirar aire de la estufa por medio de vacío.
- El método de secado en termobalanza se basa en la eliminación de humedad y compuestos volátiles por incremento continuo de temperatura y el registro de los cambios de masa, hasta obtener una masa constante de la muestra. Para minimizar el error en la pesada, se debe evitar en lo posible, exponer la muestra al ambiente.

3. Cenizas.

En términos analíticos, las cenizas son equivalentes al residuo inorgánico producto de la calcinación de materia orgánica; representan el contenido mineral, es decir, el conjunto de nutrientes elementales

que están presentes en determinada muestra. Normalmente, las cenizas no son las mismas sustancias inorgánicas presentes en el alimento original, debido a interacciones químicas o pérdidas por volatilización. La cantidad de cenizas obtenida en un alimento se puede considerar como una medida general de calidad y resulta útil para determinar el tipo de alimento, así como para detectar adulteraciones y contaminaciones.

Todos los alimentos contienen elementos minerales orgánicos e inorgánicos, y durante el proceso de incineración se cambia su naturaleza. Por ejemplo, las sales metálicas de los ácidos orgánicos se convierten en óxidos o carbonatos o reaccionan durante la incineración para formar fosfatos, sulfatos o haluros.

3.1. Determinación de cenizas.

Durante la determinación de cenizas es importante obtener un residuo blanquecino, completamente libre de partículas oscuras, como carbón que no se incinera completamente. La determinación del contenido de cenizas en los alimentos se lleva a cabo mediante procesos empíricos, por lo que se deben seguir las instrucciones al pie de la letra e indicar los factores pertinentes como tiempo, temperatura y método de incineración.

Para determinar la cantidad de cenizas de los alimentos se siguen diferentes métodos:

3.1.1. Cenizas totales.

En este método, toda la materia orgánica se oxida a una temperatura entre 550 – 600°C y en ausencia de llama. El material inorgánico que no se volatiliza a esta temperatura se conoce como ceniza.

3.1.2. Cenizas en seco.

Es el método más común para determinar la cantidad total de minerales en los alimentos. El método se basa en la descomposición de la materia orgánica originando solamente materia inorgánica en la muestra. Este método es eficiente ya que determina tanto las cenizas solubles e insolubles en agua, como las solubles en medio ácido.

En este método se presentan tanto ventajas como desventajas.

- Ventajas: Método simple. No se requiere de atención durante la generación de cenizas. No se requieren reactivos. Se pueden manipular varias muestras. Es un método estándar para la determinación de cenizas.
- Desventajas: Se requiere de altas temperaturas. El equipo es costoso. Se presentan pérdidas por volatilización. Hay interacciones entre minerales y recipientes. Hay absorción de elementos traza por recipientes de porcelana. El calentamiento excesivo puede generar componentes insolubles. Dificultad de manejo de cenizas, por ser higroscópicas, sensibles a la luz, etc. Poca utilidad para análisis de algunos metales como Hg, As, P y Se.

PREGUNTAS Y CONSULTAS

1. Consultar los términos de: *análisis químico proximal, humedad, cenizas, volátil, mineral, trazas, higroscópico*.
2. ¿Cuáles son las diferencias entre: *evaporación y secado; adsorción y absorción*.
3. Consultar algunas de las ventajas y desventajas para la determinación de cenizas en seco.
4. ¿Cuál es la diferencia entre el método por secado en estufa y el método por secado en estufa de vacío?
5. ¿En qué consiste el método de secado en termobalanza?
6. Elaborar el diagrama de flujo para la determinación de humedad y cenizas.

MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

MATERIALES	Desecador. Un vidrio de reloj. Una caja de Petri. Un crisol de porcelana con tapa. Pinzas para crisol. Una espátula. Placa de calentamiento. Mortero de porcelana con pistilo.	
EQUIPOS	Balanza analítica (precisión $\pm 0,0001$ g). Mufla. Plancha de calentamiento.	
REACTIVOS	<i>QUÍMICO</i>	
	<i>BIOLÓGICO</i>	Muestras de alimentos: leche (entera, condensada, en polvo), productos de panadería (galletas, pan, otros), jugos...

Tabla 1.1. Materiales, Equipos y Reactivos para determinar humedad y cenizas.

PARTE EXPERIMENTAL

Para el desarrollo de la práctica, se deberá utilizar obligatoriamente gafas de seguridad y guantes. Para tarar los recipientes, se deben colocar en la estufa de calentamiento a 105-110°C por 24 h.

Determinación de humedad por el método de secado en estufa.

1. Con el fin de eliminar la humedad presente en la caja de Petri, colocarla sobre una placa de calentamiento durante 20 minutos aproximadamente.
2. Empleando unas pinzas, colocar la caja de Petri en el desecador durante 10-15 minutos.
3. Una vez fría la caja de Petri pesarla (m_1), llevar a cero y agregar 2-3 g de la muestra y pesar (m_2).
4. Colocar la caja de Petri con la muestra en la estufa de secado a 105-110°C durante 3-4 horas.
5. Una vez transcurrido el tiempo, sacar el conjunto de la estufa y colocarlos en el desecador durante 10-15 minutos. Pesarse.
6. Colocar nuevamente la caja de Petri con la muestra en la estufa de secado a 105-110°C durante 30 minutos.
7. Sacar el conjunto de la estufa y colocarlos en el desecador durante 10-15 minutos. Pesarse.
8. Repetir hasta obtener peso constante (diferencia de peso no mayor a 2 mg), (m_3).

Determinación de cenizas.

El crisol de porcelana debe lavarse con *agua regia* (mezcla de $HCl-HNO_3$) durante 15 minutos, luego se debe lavar con abundante agua y finalmente con agua destilada. Posteriormente con un mechero se calienta hasta incandescencia y se coloca dentro de una mufla a $900^\circ C$ durante 30 minutos. Finalmente se seca en desecador y se pesa.

1. Con el fin de eliminar la humedad presente en el crisol de porcelana, colocarlo sobre una placa de calentamiento durante 20 minutos aproximadamente.
2. Empleando unas pinzas, colocar el crisol en el desecador durante 10-15 minutos.
3. Una vez frío el crisol, pesarlo (m_1) y agregar 2-3 g de la muestra y pesar el conjunto (m_2).
Si la muestra contiene abundante agua, secar en baño de vapor hasta sequedad aparente, enfriar en desecador y pesar.
4. Precalcinar la muestra en la placa de calentamiento, evitando que se inflame.
5. Colocar el crisol con la muestra en la mufla $550-600^\circ C$ durante 3-4 horas, hasta obtener cenizas blancas o grisáceas.
6. Preenfriar en la mufla apagada y si no se obtienen cenizas blancas o grisáceas, humedecerlas con agua destilada, secar y repetir nuevamente la incineración.
7. Una vez transcurrido el tiempo, sacar el conjunto de la mufla y colocarlo en el desecador durante 10-15 minutos.
8. Pesar (m_3).
9. Determinar el porcentaje de cenizas correspondiente.

$$\% CT = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100$$


m_1 : masa del crisol vacío, limpio y seco.

m_2 : masa del crisol + muestra antes de incinerar.

m_3 : masa del crisol + muestra después de incinerar.

BIBLIOGRAFÍA

1. Badui, S. 1986. *Química de los Alimentos*. Edit. Alhambra. México, D.F.
2. Belitz, H. y Grosch, W. 1985. *Química de los Alimentos*. Acribia. Zaragoza, España
3. Hart, F. L. y Fisher, H. J. 1971. *Análisis Moderno de los Alimentos*. Editorial Acribia. Zaragoza, España.
4. Kellner, R.; Mermet, J.M.; Otto, M.; Widmer, H.M. 1998. *Analytical Chemistry*. Wiley-VCH.
5. Miller, J.C. y Miller, J.N. 1993. *Estadística para Química Analítica*. Addison-Wesley.
6. Pearson, D. 1993. *Técnicas de laboratorio para el análisis de alimentos*. Edit. Acribia. Zaragoza, España.
7. Skoog, D.A. y West, D. M. 1989. *Química Analítica*. Cuarta edición. McGraw-Hill. España.

 <p>Pontificia Universidad JAVERIANA Cali</p> <p>con Acreditación Institucional de Alta Calidad por 8 años</p>	<p>FACULTAD DE CIENCIAS DE LA SALUD DEPARTAMENTO DE CIENCIAS BÁSICAS DE LA SALUD</p> <p>PROGRAMA DE NUTRICIÓN Y DIETÉTICA Laboratorio de Química Analítica de los Alimentos</p>
---	---

INTEGRANTES:	CÓDIGOS:	FECHA:
		GRUPO:

1. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD

	MUESTRA 1	MUESTRA 2	MUESTRA 3
Método empleado.			
Tiempo de secado (horas).			
Temperatura de secado (°C).			
Tiempo de enfriamiento (minutos).			
Masa de crisol, limpio y seco (gramos).			
Masa de crisol + Muestra húmeda (g).			
Masa de crisol + Muestra seca (g).			
Masa de agua eliminada (g).			
% de humedad			

2. DETERMINACIÓN DE CENIZAS

	MUESTRA 1	MUESTRA 2	MUESTRA 3
Método empleado.			
Tiempo de incineración (horas).			
Temperatura de incineración (°C).			
Tiempo de enfriamiento (minutos).			
Masa de crisol, limpio y seco (gramos).			
Masa de crisol + Muestra húmeda (g).			
Masa de crisol + Muestra incinerada (g).			
Masa de residuo (g).			
% de cenizas			

Preguntas.

1. Comparar el valor obtenido de humedad y cenizas para cada muestra con el valor recomendado por la bibliografía.
2. Determinar el error relativo y el error absoluto para cada muestra.
3. Explicar los factores que pueden haber influido en los resultados.
4. Por qué se debe lavar el crisol con “agua regia”?

CÁLCULOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

OBSERVACIONES, CAUSAS DE ERROR Y CONCLUSIONES